

JP57077317

Publication Title:

PRODUCTION OF ELASTIC FIBER

Abstract:

Abstract of JP57077317

PURPOSE:A block copolymer of polybutylene terephthalamide and polyalkylene ether glycol is melt-spun, drawn and heat treated under relax to produce elastic fiber of high heat stability, light resistance, chemical resistance and elastic properties. **CONSTITUTION:**The esterification reaction between terephthalic acid, 1,4-butanediol, and polytetramethylene ether glycol is effected in the presence of a catalyst such as titanium tetrabutoxide and followed by polycondensation reaction to produce a block copolymer containing polybutylene terephthalate copolyester as the hard segment and polytetramethylene ether glycol as the soft segment. The block copolymer is melt-spun, drawn at more than 2 draw ratio and heat treated at a temperature higher than 70 deg.C under relax to produce the objective elastic fiber. Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-77317

⑬ Int. Cl.³
D 01 F 6/84

識別記号

庁内整理番号
6768-4L

⑭ 公開 昭和57年(1982)5月14日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑮ 弾性繊維の製造法

名古屋市西区堀越町字乗越238
番地東レ株式会社愛知工場内

⑯ 特 願 昭55-150831

⑰ 発 明 者 加藤哲也

⑱ 出 願 昭55(1980)10月29日

名古屋市西区堀越町字乗越238

⑲ 発 明 者 岸本保二

番地東レ株式会社愛知工場内

名古屋市西区堀越町字乗越238

⑳ 出 願 人 東レ株式会社

番地東レ株式会社愛知工場内

東京都中央区日本橋室町2丁目

㉑ 発 明 者 武田敏之

2 番地

明 細 書

1. 発明の名称

弾性繊維の製造法

2. 特許請求の範囲

ハードセグメントとしてポリブチレンテレフタレートまたは主としてブチレンテレフタレート単位よりなる共重合ポリエステルを用い、ソフトセグメントとしてポリテトラメチレンエーテルグリコールまたは主としてポリテトラメチレンエーテルグリコールよりなるポリアルキレンエーテルグリコールを用いてなるポリエステル・ポリエーテルブロック共重合体を溶解紡糸し、得られた繊維を2倍以上に延伸した後、70℃以上にて弛緩熱処理することを特徴とする弾性繊維の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリエステル・ポリエーテルブロック共重合体から、すぐれたゴム状弾性を有する弾性繊維を製造する方法に関するものである。

ポリエチレンテレフタレートのようなポリエステルをハードセグメントとし、ポリエチレンエーテルグリコールあるいはポリテトラメチレンエーテルグリコールのようなポリアルキレンエーテルグリコールをソフトセグメントとするポリエステル・ポリエーテルブロック共重合体がゴム状弾性を有し、この共重合体から弾性繊維が得られることはすでに知られている(たとえば特公昭47-14054号公報、特開昭48-10346号公報)。

しかしながら、上記公報に記載されたような従来の方法によつて得られるポリエステル・ポリエーテル弾性繊維は、伸長時からの回復特性が十分でなく、また熱安定性も悪いため、この繊維を用いてなる布帛を熱固定した時に弾性特性が損われやすく、したがつてポリウレタン弾性繊維よりも特性的に劣るという欠点を有している。

また一方、スパンデックス繊維は、その化学構造上耐光性および耐薬品性において十分でな

く、特に光による黄化は品位として大きな欠点である。

さらにスパンデックス繊維は熱固定性が悪いため、布帛にしたとき乱寸（熱固定不良による寸法乱れ）を生じやすい。

本発明の目的は、このような従来のポリエステルポリエーテル弾性繊維およびスパンデックス繊維の欠点を克服し、伸長時からの回復特性にすぐれ、熱安定性が良く、かつ耐光性・耐薬品性にすぐれ、弾性特性の顕在化した弾性繊維の製造法を提供することにある。

この目的を達成するために、本発明はハードセグメントとしてポリブチレンテレフタレートまたは主としてブチレンテレフタレート単位よりなる共重合ポリエステルを用い、ソフトセグメントとしてポリテトラメチレンエーテルグリコールまたは主としてポリテトラメチレンエーテルグリコールよりなるポリアルキレンエーテルグリコールを用いてなるポリエステル・ポリエーテルブロック共重合体を溶融紡糸し、得ら

上記方法のいずれかで得られたポリエステルポリエーテルブロック共重合体をチップ状に成形し、通常の溶融紡糸装置を用いて溶融紡出し、空冷して得られた繊維を2倍以上に延伸した後、70℃以上で弛緩熱処理することによつて本発明における弾性繊維を製造することができる。

上記製造方法において、ポリエステルポリエーテルブロック共重合体のハードセグメントとしては、ポリブチレンテレフタレート単独のみならず、ポリブチレンテレフタレートとポリブチレンイソフタレート、ポリブチレンセバケート、ポリブチレンアジベート、ポリブチレンパラオキシエトキシベンゾエート、ポリブチレンドデカネート、ポリブチレンオルソフタレート等との共重合ポリエステルをも用いることができる。後者の場合には、ポリブチレンテレフタレートの共重合割合は弾性回復特性、耐薬品性、耐熱性および強度などの点から70wt%以上であるのが好ましい。

またソフトセグメントとしては、ポリテトラ

メチレンエーテルグリコール単独が最も適当であるが、必要に応じて他のポリアルキレンエーテルグリコール（たとえばポリエチレンエーテルグリコール、ポリトリメチレンエーテルグリコール等）を混合してもよく、またポリ（テトラメチレンエーテル／エチレンエーテル）グリコール等の共重合共重合ポリアルキレンエーテルグリコールを用いることができる。ただし混合や共重合の場合には耐熱性、耐光性、耐薬品性等の点からポリテトラメチレンエーテルグリコールの含有率は80wt%以上であることが好ましい。

以下、本発明の弾性繊維の製造法について具体的に説明する。ポリエステルポリエーテルブロック共重合体は、次に示す公知の方法のいずれの方法によつても製造され得る。

たとえばジカルボン酸の低級アルコールジエステル、過剰量の低分子量グリコール及びポリアルキレンエーテルグリコールを触媒の存在下でエステル交換反応させ、得られた反応生成物を重縮合する方法、あるいはジカルボン酸、グリコールおよびポリアルキレンエーテルグリコールを触媒の存在下でエステル化反応させ、得られた生成物を重縮合する方法、または予めポリアルキレンテレフタレートを用意し、これにジカルボン酸やジオールもしくはポリアルキレンエーテルグリコールを加えたりあるいは他の共重合ポリエステルの添加してエステル交換によりランダム化する方法などである。

メチレンエーテルグリコール単独が最も適当であるが、必要に応じて他のポリアルキレンエーテルグリコール（たとえばポリエチレンエーテルグリコール、ポリトリメチレンエーテルグリコール等）を混合してもよく、またポリ（テトラメチレンエーテル／エチレンエーテル）グリコール等の共重合共重合ポリアルキレンエーテルグリコールを用いることができる。ただし混合や共重合の場合には耐熱性、耐光性、耐薬品性等の点からポリテトラメチレンエーテルグリコールの含有率は80wt%以上であることが好ましい。

ハードセグメントとしての上記ポリエステルとソフトセグメントとしての上記ポリアルキレンエーテルグリコールとの共重合比（重量）は、弾性特性、強度、融点などの点から70:30～20:80が好ましく、さらに好ましくは60:40～25:75がよい。

ポリアルキレンエーテルグリコールの数平均分子量は、繊維の融点を上げ高温での弾性特性

を向上させるという点から、1000～4000が好ましく、さらに好ましくは2000～3000がよい。

また上記のポリエステルポリエーテルブロック共重合体には重合時、あるいは重合後タップに成形する前、あるいはタップに成形後溶融する前に、任意のツヤ消剤その他各種の安定剤等を少量添加してもよい。

溶融紡出後は、上記共重合体のハードセグメント（あるいはその主体）であるポリブチレンテレフタレートが結晶化速度が大きく、かつ高結晶性であるため、水あるいは他の溶媒で冷却することなく、空冷下で容易に繊維にすることができる。

得られた繊維を2倍以上に延伸した後、70℃以上で弛緩熱処理に付する。

ここでいう弛緩熱処理とは無緊張下での熱処理であり、できるだけ無張力の状態で熱処理することが好ましい。

もし、延伸倍率が2倍未満であつたなら、十

ては高結晶性を有するものが望ましく、中でもポリブチレンテレフタレートは最も好適である。

従来、この種の弾性繊維のハードセグメントとしては通常ポリエチレンテレフタレートが使用されてきたが、ポリエチレンテレフタレートはポリブチレンテレフタレートよりも結晶性や耐薬品性、熱安定性に劣るので、弾性繊維として満足な伸長回復性、耐薬品性などは得られなかつた。

第二に重要なことは繊維にゴム弾性と柔軟性を付与するソフトセグメントとして、耐熱性・耐光性および耐薬品性にすぐれたポリテトラメチレンエーテルグリコール、または主としてポリテトラメチレンエーテルグリコールよりなるポリアルキレンエーテルグリコールを選択したことである。

従来はよくポリエチレンエーテルグリコールなどが用いられてきたが、耐熱性、耐光性、耐薬品性などの性能面およびポリ^アブチレンテレフタレートとの相溶性の点において、ポリテトラ

メチレンエーテルグリコールには及ばない。

また弛緩熱処理の処理温度が70℃未満になつても同様に十分な弾性特性が得られなくなる。なお弛緩熱処理は乾熱あるいは湿熱のどちらでもよく、用いた弾性繊維の融点以下の温度で行なうことが必要であるが、弾性特性等を考えれば70～150℃で行なうことが望ましい。

以上説明したように、本発明の弾性繊維の製造法において重要なことは、第一にポリエステルポリエーテルブロック共重合体を構成するハードセグメントとして、ポリブチレンテレフタレート、または主としてブチレンテレフタレート単位よりなる共重合ポリエステルを選択したことである。

すなわち、繊維内部における物理的架橋部に相当するハードセグメントは、その性質上繊維の強度・耐薬品性および融点に大きく寄与し、また弾性繊維として最も必要な高伸度からの回復性の大小を左右するものである。したがってハードセグメントを構成するポリエステルとし

メチレンエーテルグリコールには及ばない。

そして第三に重要なことは上述のポリエステルポリエーテルブロック共重合体を適用して溶融紡糸し、得られた繊維を2倍以上に延伸した後、70℃以上で弛緩熱処理して良好な弾性特性を付与することである。

以下、実施例により本発明の効果を説明する。

実施例 1

テレフタル酸 3490部、1,4-ブタンジオール 2830部、およびポリテトラメチレンエーテルグリコール（数平均分子量 2000）5630部をチタンテトラブトキシド触媒の存在下でエステル化反応させ、ひきつづき重合することによつて、ポリエステルポリエーテルブロック共重合体（ポリブチレンテレフタレートをハードセグメントとし、ポリテトラメチレンエーテルグリコールをソフトセグメントとする）を得た。得られた共重合体の融点（示差熱分析法による吸熱ピーク）は207℃、固有粘度（オルトクロロフェノール中25℃）は4.10

であつた。

この共重合体をスクリー型押出機により溶融紡糸（紡糸温度250℃、ノズル孔径0.5mm、8ホール、吐出量38g/min）し、得られたフィラメントを第1ローラー（速度： R_1 m/min）と第2ローラー（速度： R_2 m/min）の間で延伸した。次いで第3ローラー（速度： R_3 m/min）と第2ローラーの間に設けられた加熱処理筒（乾熱）において収縮処理を行なつた。得られた弾性繊維の性質を第1表に示す。

（以下本頁空白）

	(注1) 延伸倍率	(注2) 処理温度 (℃)	(注3) オーバーフィード率 (%)	(注3) 伸長回復率 (%)
1	1.5	120	28.2	68.0
2	2.0	120	42.8	81.2
3	3.0	120	73.0	94.3
4	4.0	120	109.0	98.2
5	5.0	120	121	98.8
6	4.0	60	41.2	70.2
7	4.0	70	45.8	82.0
8	4.0	100	82.5	97.6
9	4.0	140	148	98.8

（注1）

$$\text{延伸倍率} = R_2 / R_1$$

（注2）

$$\text{オーバーフィード率} = \frac{R_2 - R_1}{R_1} \times 100$$

（注3）

$$\text{伸長回復率} = \frac{\ell - \ell_1}{\ell} \times 100$$

ℓ ：デニル当り3mgの荷重をかけて試料長が10cmとなるように把持し、10cm/minの速度で100%伸長させた時のチャートの長さ。

ℓ_1 ：上のように100%伸長させ同じ速さで元の位置まで戻す操作を5回くり返した後、再び同じ速さで伸長させた時の残留伸びに相当するチャートの長さ。

これらを見ると延伸倍率2倍^{未満}では十分な収縮が生じず、（オーバーフィード率が40%以下）伸長回復率の悪い繊維しか得られず、また、70℃未満の収縮処理温度では同様に、伸長回復率が悪く、弾性繊維としては使用できない。

これらに対して本発明においては、延伸倍率を2倍以上とし、収縮処理温度を70℃以上にすることにより、伸長回復率のすぐれた弾性繊維が得られる。

実施例 2

ハードセグメントの組成、共重合割合の異なる

るポリエステルポリエーテル共重合体を実施例1と同様な方法で得た。（第2表）

第2表において試料10～12が本発明の製造法にかかる共重合体13～15は対照用試料である。これらの共重合体をそれぞれ実施例1と同様にして紡糸し、延伸後弛放熱処理して得られた弾性繊維の特性を第3表に示す。

第 2 表

試料	ハードセグメント	ソフトセグメント	割合 (wt%)	熔点 (℃)
10	ポリブチレンテレフタレート	ポリテトラメチレンエーテルグリコール (数平均分子量: 2000)	50	215
11	"	"	60	207
12	"	"	70	194
13	ポリエチレンテレフタレート	"	60	224
14	"	"	70	211
15	"	ポリエチレンエーテルグリコール	"	209

第 3 表

試 料	延伸倍率	処理温度 (℃)	オーバーフ ィード率 (%)	伸長回復 率 (%)
16	4.0	100	97.2	97.5
17	"	"	104.1	98.0
18	"	"	106.2	98.5
19	"	"	54.2	67.8
20	"	"	57.6	73.1
21	"	"	101.4	70.7

第3表より明らかなように本発明の製造法によつて得られた弾性繊維(16~18)はきわめて高い伸長回復率をもっている。これはポリエステルポリエーテル共重合体の組成としてハードセグメントにポリブチレンテレフタレート、ソフトセグメントにポリテトラメチレンエーテルを選択したからに他ならない。

特許出願人 東 レ 株 式 会 社

BEST AVAILABLE COPY